

PCT/EP 00/03953

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

EP00/03953

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)



| | |
|-------------------|-----|
| REC'D 13 JUN 2000 | |
| WIPO | PCT |

EPO - Munich
50

30. Mai 2000

4

Bescheinigung

Die ECCO Gleittechnik GmbH in Seeshaupt/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Verstärkungs- und/oder Prozessfasern auf der Basis von Pflanzenfasern und Verfahren zu deren Herstellung"

am 3. Mai 1999 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole D 01 B, D 01 G und F 16 D der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 22. Mai 2000

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Aktenzeichen: 199 20 225.7

Eber

VERSTÄRKUNGS- UND/ODER PROZESSFASERN AUF DER BASIS VON PFLANZENFASERN UND VERFAHREN ZU DEREN HERSTELLUNG

5

Die vorliegende Erfindung betrifft Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern auf der Basis von Pflanzenfasern, deren Elementarfasern fibrilliert sind, sowie ein Verfahren zu deren Herstellung.

10

Pflanzenfasern umfassen beispielsweise Bastfasern, die aus den Pflanzenstengeln von Faserpflanzen gewonnen werden. Die Bastfasern setzen sich aus Fasern zusammen, bei denen mehrere Elementarfasern, die Einzelzellen darstellen, zu Faserbündeln vereinigt sind. Bei der Fibrillierung wird eine Elementarfaser, die typischerweise einen Durchmesser zwischen 10 μm und 30 μm besitzt, seitlich in feinere Fasern, die als Fibrillen bezeichnet werden, aufgespalten. Die Länge solcher Fibrillen ist typischerweise kleiner als 300 μm und ihr Durchmesser zwischen 1 μm und 5 μm . In der Regel bleiben die Fibrillen bei der Fibrillierung an einem Ende mit der Faser verbunden.

20

Des weiteren weisen die Pflanzenstengel von Bastfaserpflanzen Scheben auf. Darunter versteht man die nicht Bastfasern enthaltenden holzigen Bestandteile der Faserpflanzen.

25

Herkömmlicherweise werden Verstärkungs- oder Prozeßfasern auf der Basis von synthetischen Aramidfasern hergestellt, die mittels spezieller Mühlen fibrilliert werden. In Abbildung 4 ist eine Mikroskopaufnahme einer fibrillierten Aramidfaser dargestellt. Durch die Fibrillierung erhält eine Faser makroskopisch einen wolligen Habitus.

30

Als Prozeßfasern haben fibrillierte Aramidfasern günstige Wirkungen auf die Verarbeitungseigenschaften in Verbundwerkstoffen der chemischen Industrie, wie beispielsweise in Reibbelägen und Dichtungen. Dabei zeichnen sich die Aramidfasern dadurch aus, daß

35

mit ihnen ein besonders hoher Fibrillenanteil bei der Fibrillierung erreicht werden kann.

5 Nachteilig an fibrillierten Aramidfasern ist jedoch, daß sie sehr teuer sind und giftige Zersetzungsprodukte, wie beispielsweise Blausäure, bei hohen Temperaturen freisetzen können, so daß ihre Entsorgung problematisch ist.

10 Des weiteren gibt es Verstärkungs- oder Prozeßfasern auf der Basis von Pflanzenfasern bzw. organischen Naturfasern. Derartige Fasern sind in der DE 19 703 634 A1 beschrieben. Die dort beschriebenen Fasern können durch Aufschluß mittels Ultraschall gewonnen werden, wobei die Fasern aus dem in den Stengeln vorhandenen Verbund herausgelöst werden und ein Vereinzeln der
15 Fasern erfolgt. Es ist bekannt, derartige Fasern naß zu mahlen. Auf diese Weise erhielt man jedoch bisher einen anderen Fasertyp, nämlich eine sehr kurze, zerriebene Elementarfaser. Den typischen Aufbau einer fibrillierten Faser, die Elementarfaser mit einem mittleren Durchmesser von ungefähr 15 μm und an einem Ende mit
20 diesen verbundene Fibrillen mit einem mittleren Durchmesser von kleiner als 5 μm aufweist, erhält man mit einem derartigen Naßmahlverfahren nicht. Die unten erläuterte spezifische Oberfläche nach Blaine-Dyckerhoff ist bei diesen naß zermahlenen Fasern allerdings relativ hoch. Die Ursache hierfür liegt jedoch nicht
25 in einem hohen Fibrillierungsgrad, wie er hier definiert ist, sondern in der starken Einkürzung der Fasern. Bisher konnten somit Fasern auf der Basis von Pflanzenfasern synthetische fibrillierte Aramidfasern nicht ersetzen.

30 Es ist deshalb die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern bereitzustellen, die auf Pflanzenfasern basieren und die synthetische fibrillierte Aramidfasern ersetzen können.

35 Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, auf Pflanzenfasern basierende Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern bereitzustellen, die sich gut mit fibrillierten Aramidfasern mischen lassen.

Ferner ist es eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zu deren Herstellung bereitzustellen.

5 Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe durch Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern auf der Basis von Pflanzenfasern gelöst, deren Elementarfasern fibrilliert sind, wobei der Fibrillenanteil der Elementarfasern größer als 3 Flächenprozent und kleiner als 50 Flächenprozent ist. Bei einem derartig hohen Fibrillenanteil können die erfindungsgemäßen Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern
10 fibrillierte Aramidfasern in vielen Bereichen ersetzen.

Die erfindungsgemäßen Fasern können dabei beispielsweise auf Flachs-, Hanf-, Sisal-, Jute- oder Ramiefasern basieren. Vorteilhaft an der Verwendung derartiger Pflanzenfasern ist, daß sie
15 einen wesentlich niedrigeren Preis als synthetische Aramidfasern besitzen und bei hohen Temperaturen bzw. bei der Entsorgung keinerlei ökologisch problematische Produkte entstehen.

Des weiteren können die erfindungsgemäßen Fasern mit fibrillierten Aramidfasern gemischt werden, um so preislich günstigere Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern herzustellen. Dabei kann der Gewichtsanteil der erfindungsgemäßen Fasern zwischen 10 % und 90 % liegen, wobei ein Gewichtsanteil zwischen 50 % und 80 % bevorzugt ist.
20

25 Des weiteren können die erfindungsgemäßen Fasern entweder weitgehend schebenfrei sein oder aus einem Gemisch aus fibrillierten Fasern und Scheben bestehen. Dabei ist es je nach Anwendung vorteilhaft, entweder den Schebenanteil unter 10 Gew.-% zu halten oder einen hohen Schebengehalt zwischen 25 Gew.-% und 75 Gew.-% zu wählen. Ein derartiges Faser-Scheben-Gemisch hat den Vorteil, daß es kostengünstiger als reines Fasermaterial ist. Ferner ist ein solches Gemisch bei einigen Anwendungen, wie z.B. bei Reibbelägen, bei denen zusätzliche Füllstoffe erwünscht sind, vorteilhaft.
30
35

Vorteilhafterweise kann erfindungsgemäß ein Reibbelag oder eine Dichtung hergestellt werden, die die erfindungsgemäßen Fasern um-

fassen.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung von Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern auf der Basis von Pflanzenfasern wird das Fasermaterial in einer Wirbelluftanlage gemahlen. Durch die Verwendung einer derartigen Mahlanlage konnte eine besonders gute Fibrillierung der Elementarfasern der Pflanzenfasern erzielt werden. Vorteilhafterweise kann als Ausgangsmaterial durch Ultraschall aufgeschlossenes Fasermaterial, das ggf. auch noch Scheben umfassen kann, verwendet werden.

Im folgenden werden Ausführungsbeispiele der vorliegenden Erfindung mit Bezug zu den Zeichnungen näher erläutert.

Figur 1 zeigt eine Mikroskopaufnahme einer fibrillierten Hanffaser,

Figur 2 zeigt eine Mikroskopaufnahme eines Gemisches mit 80 % fibrillierten Hanffasern und 20 % fibrillierten Aramidfasern,

Figur 3 zeigt eine Mikroskopaufnahme eines Gemisches mit 50 % fibrillierten Hanffasern und 50 % fibrillierten Aramidfasern,

Figur 4 zeigt eine Mikroskopaufnahme einer herkömmlichen fibrillierten Aramidfaser.

1. Erstes Ausführungsbeispiel:

Beim ersten Ausführungsbeispiel wurden die erfindungsgemäßen Fasern mittels einer Labormühle hergestellt. Als Labormühle wurde eine für einen anderen Einsatzzweck konzipierte Mühle zur Herstellung von Pulvern im Lebensmittelbereich verwendet. Die Mühle wird von der Firma Moulinex hergestellt und ist unter der Typenbezeichnung 320 im Handel erhältlich. Es wurde überraschenderweise gefunden, daß mit solch einer Labormühle eine besonders gute Fibrillierung von Pflanzenfa-

sern, insbesondere von Hanffasern erzielt werden konnte.

Die Labormühle besteht aus einem zylindrischen Stator und einem in der Achse des Statorzylinders angeordnetem Rotor. An dem Rotor sind zwei Messer befestigt, die sich radial zum Stator hin erstrecken. Bei einer radialen Länge der Messer von ungefähr 50 mm sind die beiden Messer in vertikaler Richtung um 12 mm gegeneinander versetzt. Die Labormühle zeichnet sich insbesondere dadurch aus, daß an der Innenwandung des Stators am Boden alle 10° Innenrippen vorgesehen sind, die sich ungefähr bis zur Höhe des oberen Messers an der Innenwandung parallel zur Rotorachse erstrecken. Es wird angenommen, daß die besonders gute Fibrillierung der Hanffasern durch diese Innenrippen erzeugt wird, da bei einer vergleichbaren Mühle ohne Innenrippen eine sehr viel schlechtere Fibrillierung der Hanffasern erzeugt wurde. Es wird ferner angenommen, daß bei einer Länge der Ausgangsfasern von weniger als 20 mm die Innenrippen verhindern, daß sich das Fasermaterial mit dem Messer mitdreht.

Beim ersten Ausführungsbeispiel wurden die erfindungsgemäßen Fasern dadurch erzeugt, daß Hanffasermaterial mit einem Schebenanteil von kleiner als 10 Gew.-% in die Labormühle gegeben wurde und dort zwischen 30 und 90 sek gemahlen wurde. Die Länge der Ausgangshanffasern war dabei kürzer als 20 mm.

Figur 1 zeigt Hanffasern, die wie vorstehend beschrieben mit der Labormühle fibrilliert wurden, wobei die Mahlzeit 90 sek betrug. Deutlich zu erkennen sind die Elementarfasern, von denen einzelne kleinere Fibrillen abzweigen. Wie bei den Aramidfasern ist eine Ende der Fibrillen mit der jeweiligen Mutterelementarfaser verbunden.

Die Fasern, die gemäß dem ersten Ausführungsbeispiel hergestellt wurden, wobei die Labormühle 90 sek auf die Basisfasern eingewirkt hat, werden im folgenden mit A bezeichnet.

2. Zweites Ausführungsbeispiel:

Im zweiten Ausführungsbeispiel wurde eine kommerzielle Mahlanlage der Firma Altenburger Maschinen Jäckering GmbH (Ultrarotor Modelltyp IIIa, 75 kw) verwendet. Eine solche Mahlanlage ist in der DE 35 43 70 A1 beschrieben. Bei dieser Mahlanlage werden die Mahlgutpartikel innerhalb der Vielzahl von Luftwirbeln, die von den Mahlplatten erzeugt werden, auf eine hohe Geschwindigkeit beschleunigt. Es wird angenommen, daß die gegenseitigen Stöße der Mahlgutpartikel den Mahlvorgang erzeugen. Insbesondere erfolgt das Mahlen nur zu einem geringen Teil durch das Zusammentreffen der Mahlgutteilchen mit den feststehenden und rotierenden Maschinenteilen. Aus diesem Grund wird die verwendete Mahlanlage hier als Wirbel-luftmahlanlage bezeichnet.

Überraschenderweise konnten mit dieser Mahlanlage die mit der Labormühle hergestellten fibrillierten Fasern reproduziert und mit modifizierten Einstellungen der Mahlanlage sogar verbessert werden.

Als Ausgangsmaterial zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern können organische Naturfasern oder Pflanzenfasern, wie beispielsweise Flachs-, Hanf-, Sisal-, Jute- oder Ramiefasern verwendet werden. Als besonders vorteilhaft hat sich die Verwendung von ultraschallaufgeschlossenem Hanf als Ausgangsmaterial erwiesen. Der Anteil an Scheben ist hier in der Regel geringer als 10 Gew.-%. Die Länge des Ausgangsmaterials war kürzer als 20 mm. Des weiteren kann als Ausgangsmaterial ein Faser-Scheben-Gemisch verwendet werden, wobei der Schebenanteil zwischen 10 Gew.-% und 95 Gew.-% liegen kann.

Gemäß dem zweiten Ausführungsbeispiel wurden drei verschiedene fibrillierte Fasern aus Hanf hergestellt. Die Fasern wurden jeweils bei unterschiedlichem Unterdruck in der Mahlanlage vermahlen. Bei der Faser B1 betrug der Unterdruck, d.h. die Druckdifferenz zu Normaldruck, 45 mbar, bei der

Faser B2 25 mbar und bei der Faser B3 12 mbar. Der Unterdruck bewirkt, daß das Fasermaterial durch die Mahlanlage hindurchgefördert wird, so daß die Verweilzeit des Fasermaterials in der Mahlanlage bei höherem Unterdruck kürzer ist. So war die Verweilzeit bei einem Druck von 12 mbar unter Normaldruck ca. 1 sek und bei den Unterdrücken von 25 und 45 mbar 1/2 sek und weniger. Während des Mahlvorgangs war die Temperatur in der Mahlanlage nie höher als 20 °C.

10 3. Vergleichsbeispiel C:

Als Vergleichsbeispiel C wurden fibrillierte Fasern der Firma Schwarzwälder Textilwerke Heinrich Kautzmann GmbH, Schenkenzell untersucht, wobei als Ausgangsmaterial wiederum ultraschallaufgeschlossene Hanffasern verwendet wurden. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind in Tabelle 1 gezeigt.

15

20

4. Vergleich der erfindungsgemäßen Fasern mit den Vergleichsbeispielen C:

Um die erfindungsgemäßen Fasern zu charakterisieren und mit den Vergleichsfasern zu vergleichen, wurden die fibrillierten Fasern mikroskopisch untersucht. Dabei wurde ein Mikroskop der Firma Carl Zeiss Jena (Binokular "Citoval 2"; Okular: 16-fach; Objektiv: Zoom 0,63 bis 6,3-fach) verwendet. Zur Festlegung des Maßstabs diente ein Okularmikrometer. Die geometrischen Abmessungen der Fasern und Fibrillen wurde halbquantitativ abgeschätzt, wobei die Genauigkeit (ein Sigma) auf 25 %, bezogen auf den jeweiligen Meßwert, abgeschätzt wird. Als Vergrößerung wurde bei der Vermessung der Faserlängen 10:1 gewählt (Objektiv 1,0-fach) und für die Vermessung der Faserdurchmesser 50:1 (Objektiv 5,0-fach).

25

30

35

Im folgenden werden die Begriffe, die zur Charakterisierung der fibrillierten Fasern verwendet werden, definiert.

Faserbündel:

Als Faserbündel werden hier zwei oder mehr zumindest teilweise zusammenhängende Elementarfasern bezeichnet. Der Durchmesser eines Faserbündels liegt in der Größenordnung zwischen 0,04 mm bis 0,4 mm, wobei 80 Flächenprozent der betrachteten Fasern in diesem Bereich liegen. Bei Durchmessern größer 0,15 mm ist der Querschnitt des Faserbündels oval, wobei als Durchmesser die größte Quererstreckung angegeben ist.

Elementarfasern:

Als Elementarfasern werden Einzelfasern bezeichnet, wobei 80 Flächenprozent der betrachteten Fasern einen Durchmesser zwischen 0,01 mm bis 0,03 mm besitzen. Eine Elementarfaser stellt biologisch eine Zelle dar.

Fibrillen:

Als Fibrillen werden zum Zweck des hier durchgeführten Vergleichs an einem Ende mit einer Elementarfaser verbundene feinere Fasern bezeichnet, deren Durchmesser im Bereich zwischen 0,002 mm und 0,01 mm und deren Länge zwischen 0,01 mm und 0,1 mm liegt, wobei wiederum jeweils 80 Flächenprozent der betrachteten Fibrillen in diesem Bereich liegen.

Fibrillierungsgrad:

Durch den Fibrillierungsgrad soll abgeschätzt werden, welcher Anteil der Länge einer Elementarfaser Fibrillen aufweist. Hierzu wird bei der mikroskopischen Untersuchung eine Elementarfaser in Bereiche von 1 mm Länge eingeteilt. Daraufhin wird bestimmt, ob ein 1 mm langer Bereich mindestens eine Fibrille aufweist oder nicht. Der Fibrillierungsgrad ist dann die Anzahl der 1 mm langen Bereiche mit Fibrillen geteilt durch die Gesamtzahl der untersuchten Bereiche. Es

ergibt sich demnach ein Fibrillierungsgrad von 100 %, wenn jeweils nach 1 mm mindestens eine Fibrille an der Elementarfaser auftritt. Falls Fibrillen in größeren Abständen als 1 mm entlang der Elementarfaser auftreten, ist der Fibrillierungsgrad geringer als 100 %.

Anteil an Fibrillen:

Durch die Messung des Fibrillenanteils soll ein genaueres Verfahren zur Verfügung gestellt werden, um die Fibrillierung einer Elementarfaser zu erfassen. Hierzu werden Elementarfasern mikroskopisch untersucht. Es wird die Fläche in der Mikroskopaufnahme bestimmt, die die Fibrillen einnehmen, und die Fläche, die von den Elementarfasern eingenommen werden. Der Fibrillenanteil in Flächenprozent ergibt sich aus der Fläche der Fibrillen geteilt durch die Summe der von den Fibrillen und den Elementarfasern eingenommenen Fläche.

Der Fibrillenanteil in Flächenprozent (Fl.-%) kann in einen Fibrillenanteil in Gew.-% durch die folgende Formel umgerechnet werden:

$$\frac{a}{a + d(1 - a)}$$

wobei a der Fibrillenanteil in Flächenprozenten ist und d das Verhältnis des Durchmessers der Elementarfaser zu dem Durchmesser einer Fibrille. Bei der Umrechnung wird als Näherung angenommen, daß die Fibrillen und die Elementarfasern die gleiche Dichte und jeweils über ihre gesamte Länge den gleichen Durchmesser aufweisen.

Des weiteren bedeutet die Angabe "80 %" hinter einem Merkmal in Tabelle 1, daß 80 Flächenprozent der betrachteten Fasern oder Fibrillen innerhalb des angegebenen Bereichs liegen.

Spezifische Oberfläche nach Blaine-Dyckerhoff:

Des weiteren wurde die spezifische Oberfläche nach Blaine-Dyckerhoff der Fasern bestimmt. Zur Messung wurde ein Luftdurchlässigkeitsverfahren nach Blaine (DIN EN 196, Ausgabe 3.90, Teil 6) verwendet. Die Versuchsdurchführung ist wie folgt:

Zunächst wird die Dichte D_d der zu messenden Fasern ermittelt. Bei Zellulosefasern liegt diese in der Regel zwischen 1,2 und 1,5 g/cm³, typischerweise bei 1,4 g/cm³. Aus dieser Dichte und dem in der Meßzelle zur Verfügung stehenden Volumen V_d ergibt sich die Masse M_d des zu vermessenden Fasermaterials zu $M_d = D_d \cdot V_d \cdot e$, wobei e die Porosität ist. Die Porosität ist als der Quotient aus dem Porenvolumen und dem Gesamtvolumen definiert. Sie hat hier den Wert 0,500. In der Meßzelle wird das Fasermaterial zwischen zwei Rundfilter kalt eingepreßt, bis der Meßzylinder völlig geschlossen werden kann. Bei dem Meßverfahren wird nun die Zeit gemessen, die eine bestimmte Menge Gas (in der Regel Luft) braucht, um bei einem fest vorgegebenen, anfänglichem Unterdruck das Fasermaterial in der Meßzelle zu durchströmen. Dabei wird die Zeit erfaßt, die der Flüssigkeitspegel in einem U-Rohrmanometer, das mit einem Ende der Meßzelle kommuniziert, braucht, um eine festgelegte Höhendifferenz zu durchlaufen.

Die spezifische Oberfläche nach Blaine-Dyckerhoff errechnet sich dann wie folgt:

$$SS = \sqrt{t} \frac{c}{D_d}$$

wobei c ein durch Eichung bestimmter Koeffizient ist.

Das oben angegebene DIN-Verfahren sieht einen festen Wert für die Porosität von 0,500 vor. Sollte das Volumen der Meßzelle für das verwendete Fasermaterial nicht ausreichen, so

daß die aus der Dichte und dem Volumen der Meßzelle berechnete Masse des Fasermaterials tatsächlich kleiner ist, ist die Porosität wie folgt zu berechnen:

5

$$e = 1 - Md / (Vd \cdot Dd)$$

Die spezifische Oberfläche nach Blaine-Dyckerhoff ergibt sich dann wie folgt:

10

$$SS = \frac{\sqrt{t} \cdot c \sqrt{2e^3}}{(1-e) \cdot Dd} \quad (\text{in cm}^2/\text{g}).$$

15

Die Oberfläche nach Blaine-Dyckerhoff ist mit der tatsächlichen spezifischen Oberfläche korreliert, wobei die tatsächliche spezifische Oberfläche durch Normierung auf einen Vergleichsstandard mit bekannter spezifischer Oberfläche exakt bestimmt werden kann. Die in nachstehender Tabelle angegebenen Meßwerte sind jedoch nicht normiert, sondern geben die spezifische Oberfläche nach Blaine-Dyckerhoff an.

20

Bei den Messungen wurde ein Luftdurchlässigkeitsprüfer der Firma Toni Technik , Berlin nach Blaine verwendet (Typ ToniPERM).

25

Der vorstehend angegebene durch Eichung bestimmte Koeffizient c war bei diesem Gerät ungefähr $1.200 \text{ sek}^{-1/2} \text{ cm}^{-1}$.

30

Im folgenden werden in der Tabelle 1 die Ergebnisse der Messungen zusammengefaßt.

Tabelle 1:

| Fibrillierte Faser: | | A | B 1 | B 2 | B 3 | C |
|---|--|------------------------------|------------------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|
| 1. Scheben und Faserbündel: | | | | | | |
| Anteil der Scheben und anderer Nichtfasern an der Gesamtfläche des Fasermaterials | | 2 Fl.-% | 2 Fl.-% | 1 Fl.-% | < 1 Fl.-% | < 1 Fl.-% |
| Anteil der Faserbündel an der Gesamtfläche des Fasermaterials | | 28 Fl.-% | 48 Fl.-% | 29 Fl.-% | 10 Fl.-% | 50 Fl.-% |
| 2. Elementarfasern | | | | | | |
| Anteil an Elementarfasern an der Gesamtfläche des Fasermaterials | | 70 Fl.-% | 50 Fl.-% | 70 Fl.-% | 90 Fl.-% | 50 Fl.-% |
| Längenbereich der Elementarfasernbruchstücke nach dem Mahlen (80 %) | | 1-5 mm | 1-8 mm | 1-4 mm | 1-3 mm | 1-4 mm |
| Mittlere Länge der Elementarfasern | | 3,5 mm | 4 mm | 2,5 mm | 1,5 mm | 2 mm |
| Fibrillierungsgrad | | 95 % | 90 % | 95 % | 100 % | 85 % |
| Anteil an Fibrillen (Flächenprozente) | | 10 Fl.-% | 5 Fl.-% | 10 Fl.-% | 20 Fl.-% | 3 Fl.-% |
| Anteil an Fibrillen (Gew.-%) | | 2,2 Gew.-% | 1,0 Gew.-% | 2,2 Gew.-% | 4,8 Gew.-% | 0,6 Gew.-% |
| Spezifische Oberfläche nach Blaine-Dyckerhoff | | 4000-7000 cm ² /g | 3000-5000 cm ² /g | 4000-7000 cm ² /g | 5000-10000 cm ² /g | 2000-4000 cm ² /g |

Es wird bemerkt, daß beim Ausgangsmaterial der Fibrillierungsgrad kleiner als 20 Prozent und der Fibrillenanteil einer Elementarfaser kleiner als 1 Flächenprozent bzw. 0,2 Gewichtsprozent war. Es ergibt sich, daß die erfindungsgemäßen Fasern B1, B2, B3 und A alle einen höheren Fibrillierungsgrad und einen höheren Fibrillenanteil einer Elementarfaser als die Vergleichsfaser C aufweisen. Der Vergleich zwischen den gemäß Ausführungsbeispiel 1 (A) und den gemäß Ausführungsbeispiel 2 (B1, B2, B3) erzeugten Fasern zeigt, daß sich jeweils ein ähnlich hoher Fibrillierungsgrad ergibt, wobei sich der Fibrillierungsgrad und der Fibrillenanteil bei der im Ausführungsbeispiel 2 verwendeten Mahlanlage dadurch verbessern läßt, daß das Mahlen bei geringerem Unterdruck erfolgt, d.h. daß die Fasern länger in der Mahlanlage verweilen.

Vergleicht man die jeweiligen spezifischen Oberflächen nach Blaine-Dyckerhoff der fibrillierten Fasern, ergibt sich hier auch hier, daß diese bei den erfindungsgemäß hergestellten Fasern höher ist als bei der Vergleichsfaser C. Die erfindungsgemäß hergestellte Faser B3 kommt dabei sogar an die spezifische Oberfläche nach Blaine-Dyckerhoff von fibrillierten Aramidfasern heran, die zwischen 7000 cm²/g und 12000 cm²/g liegt.

Die spezifische Oberfläche muß jedoch immer im Zusammenhang mit der mittleren Länge der Elementarfasern gesehen werden, da eine hohe spezifische Oberfläche auch durch stark eingekürzte zerriebene Elementarfasern erzeugt werden kann. In diesem Fall liegt jedoch ein anderer Fasertyp vor, der möglicherweise zwar auch Faserbruchstücke mit sehr kleinem Durchmesser aufweist, jedoch keine Fibrillen mit kleinem Durchmesser, die an ihren Mutterelementarfasern mit größerem Durchmesser hängen. Insofern ist die spezifische Oberfläche nach Blaine-Dyckerhoff für die Fibrillierung nur von begrenzter Aussagekraft.

5. Mischung der erfindungsgemäßen Fasern mit fibrillierten Aramidfasern:

Die erfindungsgemäßen fibrillierten Fasern lassen sich als Verstärkungs- oder Prozeßfasern verwenden. Insbesondere lassen sich die erfindungsgemäßen Fasern vorteilhaft in Dichtungen und Reibbeläge sowie in Verbundwerkstoffen, z.B. im Kunststoff- und Baustoffbereich einsetzen.

Des weiteren lassen sich mit den erfindungsgemäßen fibrillierten Fasern besonders vorteilhaft Mischfasern herstellen, wenn sie mit reinen fibrillierten Aramidfasern gemischt werden. Derartige Mischfasern besitzen eine besonders hohe Festigkeit sowie eine fast identische Fibrillenstruktur wie reine Aramidfasern, so daß auch diese sich beispielsweise in Dichtungen und Reibbelägen einsetzen lassen. Dabei können die fibrillierten Pflanzenfasern in dem Gemisch in einem Gewichtsanteil von 10 % bis 90 % vorgesehen sein, wobei sich ein Anteil zwischen 50 % und 80 % als besonders vorteilhaft erwiesen hat. In den Figuren 2 und 3 sind Mikroskopaufnahmen derartiger Mischfasern dargestellt, wobei in Figur 2 fibrillierte Aramidfasern zu 20 Gewichtsprozent und fibrillierte Hanffasern zu 80 Gewichtsprozent in dem Gemisch enthalten sind und bei dem in Figur 3 dargestellten Gemisch fibrillierte Aramidfasern und fibrillierte Hanffasern in gleichen Gewichtsanteilen enthalten sind. Der Maßstab ist in allen Aufnahmen gleich. Er ergibt sich aus Figur 4.

6. Faser-Scheben-Gemische:

Des weiteren können erfindungsgemäß Faser-Scheben-Gemische fibrilliert werden. Derartige Gemische sind kostengünstiger als die Verwendung reiner Fasern als Ausgangsmaterial und sind bei speziellen Anwendungen, bei denen zusätzliche Füllstoffe erwünscht sind, vorteilhaft.

Unter Scheben versteht man die nicht Bastfasern enthaltenen, holzigen Bestandteile der Faserpflanzen.

Das Faser-Scheben-Gemisch wird als Ausgangsmaterial für die Fibrillierung, wie sie im ersten und zweiten Ausführungsbeispiel beschrieben ist, verwendet. Nach Durchführung der Fibrillierung erhält man fibrillierte Elementarfasern der Pflanzen bzw. organischen Naturfasern einerseits und gemahlene Scheben andererseits. Um weitgehend schebenfreie Verstärkungs- oder Prozeßfasern zu erhalten, kann der Schebenanteil des Ausgangsprodukts unter 10 Gew.-%, vorteilhaft unter 2 Gew.-% liegen. Ist ein höherer Schebenanteil, beispielsweise als zusätzlicher Füllstoff gewünscht, liegt dieser typischerweise zwischen 25 Gew.-% und 75 Gew.-% (Ganzpflanze). Allgemein kann der Schebenanteil zwischen 0 Gew.-% und 95 Gew.-% liegen.

15 7. Reibbeläge

Reibbeläge umfassen neben den erfindungsgemäßen Fasern im allgemeinen organische und/oder anorganische Füllstoffe, Schmierstoffe, organische Bindemittel und/oder Metalle oder Metallverbindungen. Im allgemeinen enthalten die Reibbeläge etwa 0 bis 70 Gew.-%, insbesondere 1 bis 70 Gew.-%, Metalle, etwa 3 bis 50 Gew.-% Füllstoffe, etwa 10 bis 45 Gew.-% Schmierstoffe und etwa 3 bis 25 Gew.-% Fasern. Als Schmierstoffe sind Graphit, Molybdändisulfid, Antimontrisulfid, Bleisulfid oder Zinnsulfide (SnS , SnS_2) brauchbar. Wenn Zinnsulfide als Schmierstoffe verwendet werden, sind sie im allgemeinen in einer Menge von 0,5 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 8 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge der Schmierstoffe, enthalten.

M/40105

PATENTANSPRÜCHE

5

1. Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern auf der Basis von Pflanzenfasern, deren Elementarfasern fibrilliert sind,
10 d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t ,
daß die Elementarfasern einen Fibrillenanteil aufweisen, der größer als 3 Flächenprozent und kleiner als 50 Flächenprozent ist.

15 2. Fasern nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Fasern auf Flachs-, Hanf-, Sisal-, Jute- oder Ramiefasern basieren.

20 3. Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern, die ein Gemisch aus Fasern nach Anspruch 1 oder 2 und fibrillierten Aramidfasern umfassen.

25 4. Fasern nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil der Fasern nach Anspruch 1 oder 2 zwischen 10 % und 90 % liegt.

30 5. Fasern nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil der Fasern nach Anspruch 1 oder 2 zwischen 50 % und 80 % liegt.

6. Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern, die ein Gemisch aus Fasern nach Anspruch 1 oder 2 und Scheben umfassen.

35 7. Faser nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil der Scheben kleiner als 10 % ist.

8. Faser nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Gewichtsanteil der Scheben zwischen 25 und 75 % liegt.

9. Reibbelag, dadurch gekennzeichnet, daß er Fasern nach einem der Ansprüche 1 bis 8 enthält.
- 5 10. Dichtung, dadurch gekennzeichnet, daß sie Fasern nach einem der Ansprüche 1 bis 8 enthält.
- 10 11. Verfahren zur Herstellung von Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern auf der Basis von Pflanzenfasern,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t ,
daß das Fasermaterial in einer Wirbelluftmahlanlage gemahlen wird.
- 15 12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß das Fasermaterial vor dem Mahlen durch Ultraschall aufgeschlossen wurde.
- 20 13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß als Ausgangsmaterial ein Faser-Scheben-Gemisch verwendet wird.

Figur 1



ZUSAMMENFASSUNG

5

Die vorliegende Erfindung betrifft Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern auf der Basis von Pflanzenfasern, deren Elementarfasern fibrilliert sind und ein Verfahren zu deren Herstellung. Die
10 Verstärkungs- und/oder Prozeßfasern zeichnen sich dadurch aus, daß die Elementarfasern einen Fibrillenanteil aufweisen, der größer als 3 Flächenprozent und kleiner als 50 Flächenprozent ist. Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß Fasermaterial in einer Wirbelluftmahlanlage gemahlen wird.

20

25

30

35

1911/L